

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑫ **Off nlegungsschrift**
⑩ **DE 100 49 127 A 1**

②① Aktenzeichen: 100 49 127.8
②② Anmeldetag: 2. 10. 2000
④③ Offenlegungstag: 18. 4. 2002

⑤① Int. Cl. 7:
C 09 D 5/03
C 09 D 7/02
C 08 L 33/12
C 08 L 29/04
C 08 K 5/103
C 08 K 7/26
C 04 B 24/26

DE 100 49 127 A 1

⑦① Anmelder:
Clariant GmbH, 65929 Frankfurt, DE

⑦② Erfinder:
Fiedler, Wolfgang, Dr., 65817 Eppstein, DE; Geissler,
Ulrich, Dr., 65239 Hochheim, DE; Schmitz, Ludwig,
Dr., 68642 Bürstadt, DE

⑤⑥ Entgegenhaltungen:
DE 199 01 307 C1
DE 197 52 659 A1
DE 195 35 833 A1
EP 07 41 760 A1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Redispergierbare Dispersionspulver-Zusammensetzung, Verfahren zu deren Herstellung sowie deren Verwendung

⑤⑦ Die vorliegende Erfindung betrifft eine in Wasser redispergierbare Dispersionspulver-Zusammensetzung auf der Basis von wasserunlöslichen Polymerisaten, die dadurch gekennzeichnet ist, dass sie, bezogen auf die Gesamtmasse des Polymerisats, 0,1 bis 30 Gew.-% mindestens eines Carbonsäureesters enthält, dessen Alkoholkomponente aus der Gruppe der Polyhydroxyverbindungen stammt, Verfahren zu deren Herstellung sowie deren Verwendung, insbesondere in Baustoffmassen, um deren Wasseraufnahme zu reduzieren.

DE 100 49 127 A 1

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft eine in Wasser redispergierbare Dispersionspulver-Zusammensetzung auf der Basis von wasserunlöslichen Polymerisaten, Verfahren zu deren Herstellung sowie deren Verwendung, insbesondere in Baustoffen, um deren Wasseraufnahme zu reduzieren.

[0002] In Wasser redispergierbare Dispersionspulver-Zusammensetzungen auf der Basis von Homo- und Copolymerisaten sind bekannt. Die Herstellung derartiger Dispersionspulver-Zusammensetzungen erfolgt durch Sprühtrocknung der entsprechenden wässrigen Kunststoffdispersionen in einem heißen Luftstrom. Die Dispersionspulver eignen sich als Zusatzstoffe für hydraulische Bindemittel in der Baustoffindustrie. Des weiteren werden derartige Produkte als Bindemittel in Beschichtungsmitteln oder Klebmitteln eingesetzt.

[0003] In der EP-A-0 741 760 werden in Wasser redispergierbare Dispersionspulver auf der Basis von filmbildenden wasserunlöslichen Vinyl- und/oder Acrylpolymerisaten beschrieben, welche organische Siliciumverbindungen, insbesondere Organoorganosilane als Hydrophobierungsmittel enthalten. Die Herstellung dieser Pulver erfolgt durch Sprühtrocknung der wässrigen Gemische von wässrigen Dispersionen der Vinyl- und/oder Acrylpolymerisate, denen vor dem Versprühen die organischen Siliciumverbindungen zugesetzt werden. Nachteilig beim Einsatz siliciumorganischer Verbindungen ist deren schlechte biologische Abbaubarkeit und deren ungünstige Ökobilanz bei der Herstellung, welche die Umwelt stark belastet.

[0004] Der vorliegenden Erfindung lag somit die Aufgabe zugrunde, in Wasser redispergierbare Dispersionspulver-Zusammensetzungen auf der Basis wasserunlöslicher Polymerer zur Verfügung zu stellen, die nicht die oben genannten Nachteile aufweisen und dennoch hydrophobierend in Baustoffmassen wirken.

[0005] Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist somit eine in Wasser redispergierbare Dispersionspulver-Zusammensetzung auf der Basis von wasserunlöslichen Polymerisaten, die dadurch gekennzeichnet ist, dass sie, bezogen auf die Gesamtmasse des Polymerisats, 0,1 bis 30 Gew.-% mindestens eines Carbonsäureesters enthält, dessen Alkoholkomponente aus der Gruppe der Polyhydroxyverbindungen stammt.

[0006] Bevorzugt ist eine Dispersionspulver-Zusammensetzung, enthaltend

a) mindestens ein wasserunlösliches Polymerisat aus der Gruppe der Vinylester-, Vinylester/Ethylen-, Vinylchlorid-, (Meth)acrylat-, Styrol/(Meth)acrylat-Homo- und/oder Copolymerisate,

b) 0 bis 35 Gew.-%, vorzugsweise 3 bis 15 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse des Polymerisats, mindestens eines Schutzkolloids,

c) 0,1 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 bis 10 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse des Polymerisats, mindestens eines Carbonsäureesters, dessen Alkoholkomponente aus der Gruppe der Polyhydroxyverbindungen stammt, und der zwischen Carbonsäure und Alkoholkomponente zwischen 0 und 80 Polyethylenoxideinheiten aufweist und

d) 0 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 20 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse des Polymerisats, Antibackmittel.

[0007] Als wasserunlösliche Polymerisate eignen sich Homo- und Copolymere, die in Form einer wässrigen Dispersion vorliegen oder die sich in eine wässrige Dispersion überführen lassen und welche, gegebenenfalls bei erhöhter Temperatur und/oder im alkalischen Medium, nach dem Auftrocknen und gegebenenfalls Aushärten einen festen Film bilden. Die mittlere Korngröße des Pulvers beträgt vorzugsweise 1 bis 1000 µm, besonders bevorzugt 10 bis 700 µm, und insbesondere 50 bis 500 µm.

[0008] Bevorzugte wasserunlösliche Polymerisate sind:

- Vinylester-Homo- und -Copolymerisate enthaltend eine oder mehrere Monomereinheiten aus der Gruppe der Vinylester von unverzweigten oder verzweigten Alkylcarbonsäuren mit 1 bis 15 C-Atomen;

- Vinylester-Homo- und -Copolymerisate enthaltend eine oder mehrere Monomereinheiten aus der Gruppe der Vinylester von unverzweigten oder verzweigten Alkylcarbonsäuren mit 1 bis 15 C-Atomen und Ethen;

- Vinylester-Homo- und -Copolymerisate enthaltend eine oder mehrere Monomereinheiten aus der Gruppe der Vinylester von unverzweigten oder verzweigten Alkylcarbonsäuren mit 1 bis 15 C-Atomen und (Meth)acrylsäureester;

- Vinylester-Homo- und -Copolymerisate enthaltend eine oder mehrere Monomereinheiten aus der Gruppe der Vinylester von unverzweigten oder verzweigten Alkylcarbonsäuren mit 1 bis 15 C-Atomen, (Meth)acrylsäureester und Ethen;

- (Meth)acrylsäureester-Homo- und -Copolymerisate enthaltend eine oder mehrere Monomereinheiten aus der Gruppe der Methacrylsäureester und Acrylsäureester von unverzweigten oder verzweigten Alkoholen mit 1 bis 12 C-Atomen;

- (Meth)acrylsäureester-Homo- und -Copolymerisate enthaltend eine oder mehrere Monomereinheiten aus der Gruppe der Methacrylsäureester und Acrylsäureester von unverzweigten oder verzweigten Alkoholen mit 1 bis 12 C-Atomen und Styrol;

- Homo- und Copolymerisate von Fumar- und/oder Maleinsäure-mono- oder -diestern von unverzweigten oder verzweigten Alkoholen mit 1 bis 12 C-Atomen;

- Homo- und Copolymerisate von Dienen wie Butadien oder Isopren, sowie von Olefinen wie Ethen oder Propen, wobei die Diene beispielsweise mit Styrol, (Meth)acrylsäureestern oder den Estern der Fumar- und/oder Maleinsäure copolymerisiert werden können;

- Homo- und Copolymerisate von Vinylaromaten, wie z. B. Styrol, Methylstyrol und Vinyltoluol;

- Homo- und Copolymerisate von Vinylhalogenverbindungen, wie z. B. Vinylchlorid.

[0009] Ebenfalls geeignet sind auch wasserunlösliche, filmbildende Polyadditions- und Polykondensationspolymere.

wie z. B. Polyurethane, Polyester, Polyether, Polyamide, Melaminformaldehydharze und Phenolformaldehydharze, gegebenenfalls auch in Form ihrer oligomeren Vorprodukte.

[0010] Als Vinylester bevorzugt sind Vinylacetat, Vinylpropionat, Vinylbutyrat, Vinyl-2-ethylhexanoat, Vinylaurat, 1-Methylvinylacetat, Vinylpivalat und Vinylester von α,α -Dialkyl-verzweigten Monocarbonsäuren mit bis zu 15 C-Atomen, beispielsweise VeoVa9®, VeoVa10® oder VeoVa11®, Besonders bevorzugt ist Vinylacetat und VeoVa10®.

[0011] Als Methacrylsäureester oder Acrylsäureester bevorzugt sind Methylacrylat, Methylmethacrylat, Ethylacrylat, Ethylmethacrylat, Propylacrylat, Propylmethacrylat, n-Butylacrylat, t-Butylacrylat, n-Butylmethacrylat, t-Butylmethacrylat, 2-Ethylhexylacrylat. Besonders bevorzugt sind Methylmethacrylat, n-Butylacrylat und 2-Ethylhexylacrylat.

[0012] Bevorzugte Estergruppen der Fumar- und Maleinsäure sind Methyl-, Ethyl-, n-Propyl-, iso-Propyl-, n-Butyl-, iso-Butyl-, t-Butyl-, Hexyl-, Ethylhexyl- und Dodecylgruppe.

[0013] Die Vinylester-Copolymerisate können 1,0 bis 65 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Comonomerphase, α -Olefine, wie Ethen oder Propen, und/oder Vinylaromaten, wie Styrol, und/oder Vinylhalogenide, wie Vinylchlorid, und/oder Acrylsäureester bzw. Methacrylsäureester von Alkoholen mit 1 bis 12 C-Atomen, wie Methylacrylat, Methylmethacrylat, Ethylacrylat, Ethylmethacrylat, Propylacrylat, Propylmethacrylat, n-Butylacrylat, t-Butylacrylat, n-Butylmethacrylat, t-Butylmethacrylat, 2-Ethylhexylacrylat, und/oder ethylenisch ungesättigte Dicarbonsäuren bzw. deren Derivate, wie Diisopropylfumarat, die Dimethyl-, Methyl-t-butyl-, Di-n-butyl-, Di-t-butyl- und Diethylester der Maleinsäure bzw. Fumarsäure, oder Maleinsäureanhydrid enthalten.

[0014] Die (Meth)acrylsäureester-Copolymerisate können 1,0 bis 65 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Monomerphase, α -Olefine, wie Ethen und Propen, und/oder Vinylaromaten, wie Styrol, und/oder Vinylhalogenide, wie Vinylchlorid, und/oder ethylenisch ungesättigte Dicarbonsäuren bzw. deren Derivate, wie Diisopropylfumarat, die Dimethyl-, Methyl-t-butyl-, Di-n-butyl-, Di-t-butyl- und Diethylester der Maleinsäure bzw. Fumarsäure, oder Maleinsäureanhydrid enthalten.

[0015] In einer weiteren Ausführungsform können die Vinylester-Copolymerisate und (Meth)acrylsäureester-Copolymerisate noch 0,05 bis 10,0 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Comonomergemisches, Hilfsmonomere aus der Gruppe der ethylenisch ungesättigten Carbonsäuren, vorzugsweise Acrylsäure oder Methacrylsäure, aus der Gruppe der ethylenisch ungesättigten Carbonsäureamide, vorzugsweise Acrylamid, aus der Gruppe der ethylenisch ungesättigten Sulfonsäuren bzw. deren Salze, vorzugsweise Vinylsulfonsäure und 2-Acrylamido-2-methylpropan-sulfonsäure (AMPS), und/oder aus der Gruppe der mehrfach ethylenisch ungesättigten Comonomeren, beispielsweise Divinyladipat, Diallylmaleat, Allylmethacrylat oder Triallylcyanurat, enthalten. Als Hilfsmonomere geeignet sind auch vernetzend wirkende Comonomere, beispielsweise Acrylamidoglykolsäure (AGA), Methacrylamidoglykolsäuremethylester (MAGME), N-Methylolacrylamid (NMAA), N-Methylolmethacrylamid, N-Methylolallylcarbammat, Alkylether, wie der Isobutoxyether, oder Ester des N-Methylolacrylamids, des N-Methylolmethacrylamids oder des N-Methylolallylcarbamats. Entsprechendes gilt für die Copolymerisate der Ester der Malein- oder Fumarsäure.

[0016] Die Herstellung der genannten, radikalisch polymerisierbaren, wasserunlöslichen Polymerisate erfolgt vorzugsweise durch Emulsionspolymerisation. Die Polymerisation kann dabei diskontinuierlich oder kontinuierlich, mit oder ohne Verwendung von Saatlatizes, unter Vorlage aller oder einzelner Bestandteile des Reaktionsgemisches oder nach dem Dosiervorgang ohne Vorlage durchgeführt werden. Alle Dosierungen erfolgen vorzugsweise im Maße des Verbrauchs der jeweiligen Komponente. Die Polymerisation wird vorzugsweise in einem Temperaturbereich von 0 bis 100°C durchgeführt und mit den für die Emulsionspolymerisation üblicherweise eingesetzten Methoden eingeleitet. Die Initiierung erfolgt üblicherweise mittels der üblichen wasserlöslichen Radikalbildner, die vorzugsweise in Mengen von 0,01 bis 3,0 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Monomeren eingesetzt werden. Geeignete wasserlösliche Initiatoren sind beispielsweise Natrium-, Kalium- oder Ammoniumperoxodisulfat sowie wasserlösliche Azoinitiatoren, wie zum Beispiel 2,2'-azobis(2-amidino propan)dihydrochlorid. Geeignete monomerlösliche Initiatoren sind organische Hydroperoxide, wie z. B. tert-butyl Hydroperoxid und Cumen-Hydroperoxid, organische Peroxide, wie z. B. Dibenzoylperoxid und Dilaurylperoxid, und monomerlösliche Azoverbindungen, wie z. B. Azobisisobutyronitril. Die Initiatoren können zusammen mit Substanzen eingesetzt werden, die eine reduzierende Wirkung haben, wie zum Beispiel Natriumbisulfat und Natriumhydroxymethansulfonat. Als Dispergiemittel können alle üblicherweise bei der Emulsionspolymerisation verwendeten Emulgatoren und/oder Schutzkolloide eingesetzt werden.

[0017] Gegebenenfalls werden bis zu 6 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Monomeren, an Emulgatoren eingesetzt. Als Emulgatoren kommen hierbei sowohl anionische, kationische als auch nichtionische Emulgatoren in Betracht, soweit diese nicht im Schutzkolloid löslich sind.

[0018] Vorzugsweise werden Schutzkolloide, besonders bevorzugt in Mengen bis 15 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Monomeren, eingesetzt. Geeignete Schutzkolloide sind beispielsweise Polyvinylalkohole und deren Derivate wie Vinylalkohol/Vinylacetat-Copolymere, Polyvinylpyrrolidone, Polysaccharide, wie Stärken (Amylose und Amylopektin), Cellulose, Guar, Tragacantinsäure, Dextran, Alginate, und deren Carboxymethyl-, Methyl-, Hydroxyethyl-, Hydroxypropyl-Derivate, Proteine wie Casein, Sojaprotein, Gelatine, synthetische Polymere wie Poly(meth)acrylsäure, Poly(meth)acrylamid, Polyvinylsulfonsäuren und deren wasserlöslichen Copolymere, Melaminformaldehydsulfonate, Naphthalin-formaldehydsulfonate, Styrol/Maleinsäure- und Vinylether/Maleinsäure-Copolymere. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform wird die Polymerisation mit Polyvinylalkohol als Schutzkolloid durchgeführt.

[0019] Als Polyhydroxy-Verbindungen werden definitionsgemäß alle nieder- und makromolekularen organischen Verbindungen, die zwei und mehr Hydroxy-Gruppen im Molekül enthalten (Römpp Lexikon Chemie – Version 2.0, Stuttgart/New York: Georg Thieme Verlag 1999) bezeichnet. Zu den auch Polyole genannten Polyhydroxyverbindungen gehören definitionsgemäß mehrwertige Alkohole, wie Glycerin und Pentaerythrit, Phenole, wie Polyphenole, Zuckeralkohole, Kohlehydrate, natürliche Polymere, wie Polysaccharide, Cellulose und Stärke, und synthetische Polymere, wie Polyvinylalkohol.

[0020] Als bevorzugte Polyhydroxykomponente der Carbonsäureester werden Glycerin, Diglycerin, Polyglycerin, Erythrit, Pentaerythrit, Xylit, Sorbit, Sorbitane, Mannit, Sucrose und weitere Glykoside eingesetzt. Besonders bevorzugt

sind Ester der Sorbitane und des Glycerins.

[0021] Sowohl die Säure- als auch die Alkoholkomponente der Carbonsäureester können entweder gesättigt oder ungesättigt sowie unverzweigt oder verzweigt sein. Der Säure- und der Alkoholrest kann auch Halogene wie Fluor oder Chlor, sowie Ether-, Thioether-, Ester-, Amid-, Carboxyl-, Sulfonsäure-, Carbonsäureanhydrid- und Carbonylgruppen

enthalten, der Säurerest zusätzlich Hydroxylgruppen.

[0022] Die Polyhydroxyverbindungen können an jeder Hydroxylgruppe verestert sein, so dass neben den Monoestern auch die Di-, Tri- und Polyester eingesetzt werden können. Bevorzugt eingesetzt werden jedoch die Monoester.

[0023] Zur Verbesserung der Wasserlöslichkeit können die Carbonsäureester Polyethylenoxideinheiten als Spacer zwischen Carbonsäure- und Alkoholkomponente enthalten. Die Anzahl der Polyethylenoxideinheiten liegt im allgemeinen zwischen 1 und 80, vorzugsweise zwischen 2 und 40.

[0024] Im Falle einer genügenden Wasserlöslichkeit werden die Polyhydroxycarbonsäureester bevorzugt als Reinsubstanz zum Emulsionspolymerisat zugegeben. Andernfalls werden die Carbonsäureester in Form einer Emulsion zugegeben. Zur Emulgierung verwendet man vorzugsweise Schutzkolloide, gegebenenfalls in Kombination mit geeigneten Emulgatoren. Als Emulgatoren kommen hierbei sowohl anionische, kationische als auch nichtionische Emulgatoren in Betracht.

[0025] Weiterhin bevorzugt ist die Zugabe der Carbonsäureester zur wässrigen Phase der Emulsionspolymerisation. Des weiteren können die beanspruchten Carbonsäureester während der Emulsionspolymerisation zudosiert werden.

[0026] In einer weiteren Ausführungsform werden die Carbonsäureester auf einen festen Träger aufgebracht, wie dies in der DE-A-195 35 833 und der DE-A-197 52 659 ausführlich beschrieben wird. Bei diesen Trägern handelt es sich dabei um Antibackmittel, sowie Magnesiumhydrosilicate, feinteiliges Titandioxid, Tonerden, Bleicherden, aktiviertes Aluminiumoxid, Vermiculite wie Bentonit, expandiertes Perlit, sowie Phosphate wie Na-Phosphat. Besonders bevorzugt sind Kieselsäuren mit einer BET-Oberfläche von mindestens 50 m²/g, insbesondere von mindestens 100 m²/g. Die Menge an zugesetztem Carbonsäureester beträgt zwischen 10 und 160 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht der eingesetzten Trägersubstanz.

[0027] Diese gecoateten Produkte werden entweder als Antibackmittel eingesetzt und während des Versprühprozesses zugemischt oder zum fertigen Dispersionspulver zugegeben.

[0028] In einer bevorzugten Ausführungsform enthält die Dispersionspulver-Zusammensetzung 0 bis 35 Gew.-%, besonders bevorzugt 3 bis 15 Gew.-%, Schutzkolloid, bezogen auf die Gesamtmenge an wasserunlöslichem Polymerisat. Geeignete Schutzkolloide sind beispielsweise Polyvinylalkohole und deren Derivate wie Vinylalkohol/Vinylacetat-Copolymere, Polyvinylpyrrolidone, Polysaccharide, wie Stärken (Amylose und Amylopektin), Cellulose, Guar, Tragacantinsäure, Dextran, Alginate und Carboxymethyl-, Methyl-, Hydroxyethyl-, Hydroxypropyl-Derivate, Proteine wie Casein, Sojaprotein, Gelatine, synthetische Polymere wie Poly(meth)acrylsäure, Poly(meth)acrylamid, Polyvinylsulfonsäuren und deren wasserlöslichen Copolymere, Melaminformaldehydsulfonate, Naphthalin-formaldehydsulfonate, Styrolmaleinsäure- und Vinylethermaleinsäure-Copolymere.

[0029] Geeignete Antibackmittel sind vorzugsweise Aluminiumsilikate, Calcium- und Magnesiumcarbonate bzw. deren Gemische, Kieselsäuren oder Kombinationen von Dolomit bzw. Calcit und Talk. Die Antibackmittel besitzen vorzugsweise eine Teilchengröße von 0.001 bis 0.5 mm.

[0030] Die Herstellung der Dispersionspulver-Zusammensetzung erfolgt über Sprühtrocknung. Die Trocknung erfolgt dabei in üblichen Sprühtrocknungsanlagen, wobei die Zerstäubung mittels Ein-, Zwei-, oder Mehrstoffdüsen oder mit einer rotierenden Scheibe erfolgen kann. Die Austrittstemperatur wird im allgemeinen im Bereich von 50 bis 100°C, vorzugsweise 60 bis 90°C, je nach Anlage, Glastemperatur des Harzes und gewünschtem Trocknungsgrad, gewählt. Zur Erhöhung der Lagerstabilität und der Rieselfähigkeit des Dispersionspulvers wird vorzugsweise ein Antibackmittel parallel zur Dispersion in den Sprühturm eingebracht, so dass es zu einer bevorzugten Ablagerung des Antibackmittels auf den Dispersionsteilchen kommt.

[0031] Die Dispersionspulver-Zusammensetzung kann in den typischen Anwendungsgebieten eingesetzt werden. Beispielsweise in bauchemischen Produkten in Verbindung mit anorganischen, hydraulisch abbindenden Bindemitteln wie Zementen (Portland-, Aluminat-, Trass-, Hüllen-, Magnesia-, Phosphatzement), Gips, Wasserglas, für die Herstellung von Bauklebern, Putzen, Spachtelmassen, Fußbodenspachtelmassen, Fugenmörtel und Farben. Ferner als Alleinbindemittel für Beschichtungsmittel und Klebemittel oder als Bindemittel für Textilien. Vorzugsweise wird die Dispersionspulver-Zusammensetzung als hydrophobierendes Bindemittel in Anwendungsgebieten eingesetzt, in denen neben einer guten Haftung auch eine reduzierte Wasseraufnahme und/oder ein wasserabweisender Effekt erwünscht ist.

[0032] Die Erfindung wird im folgenden anhand von Ausführungsbeispielen näher beschrieben, ohne dadurch jedoch beschränkt zu werden. Die in den Beispielen angeführten Teile und Prozente beziehen sich auf das Gewicht, soweit nicht anders angegeben.

Beispiel 1

[0033] 1300 Teile einer mit Polyvinylalkohol stabilisierten Dispersion auf Basis Vinylacetat, Versätsäure-10-vinylester und Butylacrylat (45 : 45 : 10), Feststoffgehalt: 54,1%, Viskosität (Haake VT 500, 386.6 s⁻¹): 1150 mPa · s, Tg: 13°C, Partikelgrößenverteilung: d_w: 1863 nm, d_w/d_n: 12,8, Herstellung analog Beispiel 1 der EP-A-0 761 697, werden mit

140 Teilen einer 25%igen Polyvinylalkohollösung (Viskosität der 4%igen wässrigen Lösung bei 20°C: 4 mPa · s, Vernetzungsgrad: 88%, Polymerisationsgrad: 630) versetzt.

[0034] Zu der Mischung werden folgende Mengen eines Laurinsäuresorbitanesters (®Disponil SML 100 N der Fa. Cognis) zugegeben:

Beispiel Nr.	Teile Laurinsäuresorbitanester
1a	0
1b	18,5
1c	36,9
1d	73,8

[0035] Die Abmischungen werden mit entionisiertem Wasser auf einen Feststoffgehalt von 40% verdünnt und unter Zugabe eines Antibackmittelgemisches aus Talk und Dolomit sprühgetrocknet (Sprühtrockner der Fa. Niro, Eingangstemperatur: 130°C, Ausgangstemperatur: 65°C, Durchsatz: 1 kg Dispersion/Stunde). Der Antibackmittelgehalt beträgt 15%. 15

[0036] Die isolierten Dispersionspulver werden in hydraulisch abbindenden Massen eingesetzt und die Wasseraufnahmen wie folgt bestimmt:

Es wird ein Premix hergestellt aus

300 Teilen Portlandzement CEM I 42,5 R 20

2 Teilen Tylose MH 15002 P6

200 Teilen Quarzsand F 31

368 Teilen Quarzsand F 34

100 Teilen Omyacarb 20 GU

der in einem Mischer der Fa. Lödige (Typ M5R) 3 Minuten bei 8,5 Skalenteilen homogenisiert wird. 25

[0037] 200-x Teile Premix werden mit x Teilen Dispersionspulver abgemischt und nach Zugabe von 40 Teilen Wasser 15 Sekunden unter einem Lenarührer (Fa. Vollrath, Typ EWTHV-1) mit hoher Umdrehungszahl gerührt. Man lässt die Masse 5 Minuten reifen und rührt dann nochmals per Hand durch.

[0038] Auf eine 2 cm dicke EPS-Platte wird eine Schablone mit den Abmessungen 0,5 x 10 x 20 cm gelegt. Die Masse wird gleichmäßig eingefüllt und glattegezogen. Man lässt über Nacht stehen, schneidet dann den Probekörper aus und dichtet den Rand mit geschmolzenem Paraffin ab. Die abgedichteten Probekörper werden bei 23°C zunächst 3 Tage bei gesättigter Wasserdampf-atmosphäre und anschließend 3 Tage bei 50% relativer Luftfeuchte gelagert. 30

[0039] Danach wird der Probekörper gewogen und anschließend mit der Prüffläche nach unten in ein mit Wasser gefülltes Becken gelegt. Nach 1 bzw. 24 Stunden wird der Probekörper herausgenommen, mit einem Schwammtuch trockengeputzt und gewogen. Die Massenzunahme wird auf g/m² umgerechnet. 35

[0040] Die Wasseraufnahmen der unter Einsatz der Pulver 1a bis 1d formulierten Mörtel-massen sind in der nachfolgenden Tabelle zusammengestellt:

Beispiel Nr.	x Teile Dispersionspulver	Wasseraufnahme 1 Std. (g/m ²)	Wasseraufnahme 24 Std. (g/m ²)
1a (Vergleich)	1	920	1015
1a (Vergleich)	2	961	1031
1a (Vergleich)	4	869	977
1a (Vergleich)	6	452	712
1b	1	842	940
1b	2	606	826
1b	3	351	654
1b	4	216	432
1b	5	118	326
1b	6	112	337
1c	1	758	911
1c	2	382	655
1c	3	200	405
1c	4	112	374
1c	5	106	328
1c	6	93	269
1d	1	474	712
1d	2	215	398
1d	3	143	354
1d	4	108	318
1d	5	107	288
1d	6	73	223

[0041] Man erkennt eine deutliche Abnahme der Wasseraufnahme mit steigender Menge an Hydrophobierungsmittel (Pulver 1a bis 1d). Ebenso nimmt die Wasseraufnahme mit zunehmendem Gehalt an eingesetztem Dispersionspulver ab.

Beispiel 2

[0042] Es wird eine Dispersion wie in Beispiel 1 beschrieben hergestellt, jedoch wird die Polymerisation in Gegenwart von 2,5 Teilen bezogen auf das Gesamtgewicht der Monomeren Laurinsäuresorbitanester durchgeführt.

[0043] 1300 Teile des unter Einsatz von Laurinsäuresorbitanester hergestellten Polymeren auf Basis Vinylacetat, Versäuresäure-10-vinylester und Butylacrylat (45 : 45 : 10) werden mit

140 Teilen einer 25%igen Polyvinylalkohollösung (Viskosität der 4%igen wässrigen Lösung bei 20°C: 4 mPa · s, Verseifungsgrad: 88%, Polymerisationsgrad: 630) abgemischt.

[0044] Die Abmischung wird mit entionisiertem Wasser auf einen Feststoffgehalt von 40% verdünnt und wie in Beispiel 1 beschrieben sprühtrocknet.

[0045] Das isolierte Dispersionspulver wird wie in Beispiel 1 beschrieben in einer hydraulisch abbindenden Masse eingesetzt und die Wasseraufnahme bestimmt:

Beispiel Nr.	Teile Dispersionspulver	Wasseraufnahme 1 Std. (g/m ²)	Wasseraufnahme 24 Std. (g/m ²)
1a (Vergleich)	6	452	712
2	6	113	367

[0046] Auch hier erkennt man wieder die deutlich reduzierte Wasseraufnahme bei Einsatz des hydrophobierten Pulvers.

Beispiel 3

[0047] In einer Küchenmaschine werden 50 Teile Sipernat 22 (Fällungskieselsäure mit einer Oberfläche nach BET von 190 m²/g, mittlere Größe der Agglomerate 100 µm, 98% SiO₂) vorgelegt und 50 Teile Laurinsäuresorbitanester innerhalb von 5 Minuten bei Raumtemperatur zugetropft. Rührgeschwindigkeit: Stufe 2. Nach 3 Minuten Nachrühren wird die pulverförmige Mischung abgefüllt.

[0048] Es wird eine Mischung aus gleichen Teilen Dispersionspulver 1a und der zuvor beschriebenen pulverförmigen Mischung im Verhältnis 1 : 1 homogenisiert, von der 4 Teile zu der unter Beispiel 1 beschriebenen hydraulisch abbindenden Massen zugesetzt wird.

[0049] Die Wasseraufnahme im Vergleich zu einer nur mit Dispersionspulver modifizierten Masse ist in der nachfolgenden Tabelle zusammengestellt:

Beispiel Nr.	Teile Dispersionspulver	Wasseraufnahme 1 Std. (g/m ²)	Wasseraufnahme 24 Std. (g/m ²)
1a (Vergleich)	2	961	1031
3	2	107	250

[0050] Vergleichbare Ergebnisse werden erhalten, wenn die pulverförmige Mischung als Antiackmittel während der Versprühung zur Dispersion zugesetzt wird.

Patentansprüche

1. Dispersionspulver-Zusammensetzung auf der Basis von wasserunlöslichen Polymerisaten, **dadurch gekennzeichnet**, dass sie, bezogen auf die Gesamtmasse des Polymerisats, 0,1 bis 30 Gew.-% mindestens eines Carbonsäureesters enthält, dessen Alkoholkomponente aus der Gruppe der Polyhydroxyverbindungen stammt.
2. Dispersionspulver-Zusammensetzung gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie
 - a) mindestens ein wasserunlösliches Polymerisat aus der Gruppe der Vinylester-, Vinylester/Ethylen-, Vinylchlorid-, (Meth)acrylat-, Styrol/Acrylat-Homo- und Copolymerisate,
 - b) 0 bis 35 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse des Polymerisats, mindestens eines Schutzkolloids,
 - c) 0,1 bis 30 Gew.-% bezogen auf die Gesamtmasse des Polymerisats, mindestens eines Carbonsäureesters, dessen Alkoholkomponente aus der Gruppe der Polyhydroxyverbindungen stammt, und der zwischen Carbonsäure und Alkoholkomponente zwischen 0 und 80 Polyethylenoxideinheiten enthält und
 - d) 0 bis 30 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse des Polymerisats, Antiblockmittel.
3. Dispersionspulver-Zusammensetzung gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Polymerisat mittels Schutzkolloiden und/oder Emulgatoren stabilisiert wird.
4. Dispersionspulver-Zusammensetzung gemäß mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zur Herstellung des polymerisates als Schutzkolloid Polyvinylalkohol mit einem Polymerisationsgrad von 200 bis 3500 und einem Hydrolysegrad von 80 bis 98 Mol.-% eingesetzt wird.
5. Dispersionspulver-Zusammensetzung gemäß mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Polyhydroxykomponente des Carbonsäureesters aus der Gruppe der Sorbitane stammt.
6. Dispersionspulver-Zusammensetzung gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Polyhydroxykomponente des Carbonsäureesters Glycerin ist.
7. Dispersionspulver-Zusammensetzung gemäß Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Polyhydroxykomponente des Carbonsäureesters ein Laurinsäuresorbitanester ist.
8. Dispersionspulver-Zusammensetzung gemäß mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Säure- und Alkoholkomponente Halogene, Hydroxyl-, Ether-, Thioether-, Ester-, Amid-, Carboxyl-, Sulfonsäure-, Carbonsäureanhydrid- und/oder Carbonylgruppen enthalten.
9. Dispersionspulver-Zusammensetzung gemäß mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass als Carbonsäureester der entsprechenden Monoester der Polyhydroxyverbindungen eingesetzt wird.

10. Dispersionspulver-Zusammensetzung gemäß mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Carbonsäureester bereits in die Vorlage des zur Herstellung benötigten Polymerisates a) gegeben wird.

11. Dispersionspulver-Zusammensetzung gemäß mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass als Antibackmittel Aluminiumsilikate, Calcium- und Magnesiumcarbonate bzw. deren Gemische, Kieselsäuren und Kombinationen von Dolomit bzw. Calcit und Talk eingesetzt werden.

12. Dispersionspulver-Zusammensetzung gemäß mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Carbonsäureester auf ein pulverförmiges Trägermaterial aufgebracht ist, mit der Maßgabe, dass dieses Trägermaterial 10 bis 160 Gew.-% Carbonsäureester, bezogen auf das Gesamtgewicht des Trägermaterials, enthält.

13. Dispersionspulver-Zusammensetzung gemäß Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass das pulverförmige Trägermaterial ein Antibackmittel gemäß Anspruch 11 ist.

14. Dispersionspulver-Zusammensetzung gemäß Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass als Trägermaterial pyrogen hergestellte Kieselsäure oder gefällte Kieselsäure mit einer BET-Oberfläche von mindestens 50 m²/g eingesetzt werden.

15. Verfahren zur Herstellung einer Dispersionspulver-Zusammensetzung gemäß Anspruch 1 bei dem man durch Mischen von Polymerisat a), Schutzkolloid b) und Carbonsäureester c) und optional weiterem Schutzkolloid b) eine Dispersion herstellt und diese anschließend gegebenenfalls unter gleichzeitigem Zumischen des Antibackmittels d) trocknet.

16. Verfahren gemäß Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass man den Carbonsäureester auf ein Trägermaterial aufbringt und dieses beschichtete Material während und/oder nach der Trocknung zugibt.

17. Verfahren gemäß Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, dass man das beschichtete Material nach der Trocknung der Dispersionspulver-Zusammensetzung zugibt.

18. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 15 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass die Trocknung durch Sprühtrocknung in einem Trockenturm erfolgt.

19. Verwendung einer Dispersionspulver-Zusammensetzung gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 14 zur Modifizierung von Tapetenkleister, Mörtel oder Beton.

20. Verwendung einer Dispersionspulver-Zusammensetzung gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 14 zur Hydrophobierung von Mörtel oder Beton.